

**Japanese Unexamined Patent Publication**  
**No. 205337/1982 (Tokukaisho 57-205337)**

**A. Relevance of the Above-identified Document**

The following is a partial English translation of exemplary portions of non-English language information that may be relevant to the issue of patentability of the claims of the present application.

**B. Translation of the Relevant Passages of the Document**

**[CLAIMS]**

1. A method for producing high silicate glass having a high ultraviolet transmittance, the method comprising the steps of:

(a) subjecting, to heat treatment, borosilicate glass consisting mainly of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , and  $\text{Na}_2\text{O}$ , so as to separate a phase of the borosilicate glass into an acid-soluble phase and an acid-insoluble phase;

(b) producing porous glass after the step (a) by eluting the acid-soluble phase with mineral acid; and

sintering the porous glass, wherein  
the porous glass is treated with an acid solution containing ethylenediamine tetraacetic acid or a salt thereof, and then is sintered.

2. The method as set forth in claim 1, wherein the acid solution contains at least 0.2 wt% of ethylenediamine tetraacetic acid or the salt thereof.

3. The method as set forth in claim 1, wherein the acid

**BEST AVAILABLE COPY**

Page 2

Tokukaisho 57-205337

solution has a pH of 1 to 3.

4. The method as set forth in claim 1, wherein the acid solution is a sulfuric acid solution.

...

#### [DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]

The inventors of the present invention studied means for removing iron oxide causing ultraviolet absorption. As a result, the inventors found that iron oxide is removed effectively by means of treating the porous glass with the acid solution containing ethylenediamine tetraacetic acid or the salt thereof.

...

#### [EXAMPLE]

...

Next, each of the porous glass (a) and the porous glass (b) was dried. Thereafter, the porous glass thus dried was heated to 1100°C at a heating rate of 60°C per hour. The porous glass continued to be heated for 2 hours at the same temperature, and then was cooled down to room temperature. As a result, high silicate glass was obtained. From the high silicate glass, a plate sample having a thickness of 2.4 mm was produced. Both sides of the sample were polished such that the sides are parallel to each other. Thereafter, measurement was conducted on a spectral transmission factor of the sample. The result is shown in the following table.

...

As shown in the table, the method (b) of the present invention makes it possible to obtain high silicate glass having a high ultraviolet transmittance. It was confirmed that the same

**Page 3**

**Tokukaisho 57-205337**

result is obtained even when ethylenediamine tetraacetic acid used in the method (b) is replaced by a sodium salt thereof.

⑬ 日本国特許庁 (JP)  
⑭ 公開特許公報 (A)

⑮ 特許出願公開  
昭57—205337

① Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 C 3/06  
3/24  
// C 03 C 3/08

識別記号

庁内整理番号  
6674—4G  
6674—4G

③ 公開 昭和57年(1982)12月16日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

## ④ 紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法

① 特 願 昭56—88871  
② 出 願 昭56(1981)6月11日  
③ 発 明 者 中川賢司  
所沢市こぶし町8—22  
④ 発 明 者 官出英明  
新座市野寺5—3—23  
⑤ 発 明 者 内川清  
荏埴市荏埴町祖母石2086—1

⑥ 発 明 者 金原正文  
山梨県北巨摩郡長坂町長坂上条  
1511の10  
⑦ 出 願 人 株式会社保谷硝子  
東京都新宿区中落合2丁目7番  
5号  
⑧ 出 願 人 株式会社保谷電子  
山梨県北巨摩郡長坂町中丸3280  
⑨ 代 理 人 弁理士 朝倉正幸

## 明 細 書

1. 発明の名称 紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法  
2. 特許請求の範囲

1.  $SiO_2$ 、 $B_2O_3$  および  $Na_2O$  を主成分とするホロケイ酸塩ガラスを熱処理することによつて酸に可溶な相と酸に不溶な相とに分相させ、しかも後これを酸で処理することにより酸可溶相を溶出させて多孔質ガラスとし、次いでこの多孔質ガラスを焼成して高ケイ酸ガラスを製造する方法において、エチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液にて、前記の多孔質ガラスを処理し、しかも後この多孔質ガラスを焼成することを特徴とする紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法。
2. 酸性溶液中のエチレンジアミン四酢酸またはその塩の含有量が0.3重量%以上である特許請求の範囲第1項記載の方法。
3. 酸性溶液のpHが1～3である特許請求の範囲

## 図面1項記載の方法。

4. 酸性溶液中のエチレンジアミン四酢酸またはその塩の含有量が0.3重量%以上である特許請求の範囲第1項記載の方法。

## 5. 発明の詳細な説明

本発明は紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法に関する。

$SiO_2$ 、 $B_2O_3$  および  $Na_2O$  を主成分とするホロケイ酸塩ガラスはこれを熱処理すると、 $B_2O_3$  および  $Na_2O$  に富む相（酸可溶相）と、 $SiO_2$  に富む相（酸不溶相）とに分相する。こうして分相したガラスを酸、硝酸、塩酸などの酸で処理すれば、前記の酸可溶相は溶出して  $SiO_2$  に富む多孔質ガラスを得ることができ、この多孔質ガラスを焼成すれば、紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスが得られることはよく知られている。

ところで高ケイ酸ガラスの紫外線透過率は、そのガラスに溶解する  $Na_2O$  および  $Fe_2O_3$  の量に依存し、これらの量が少ない程紫外線透過率は向上す

る。一般に高ケイ酸ガラスの原料となるホウケイ酸ガラス中の $\text{Na}_2\text{O}$ は、溶融ガラスを熱処理して、分相させれば、そのほとんどが酸可溶相に移行するので、酸処理によつて除去することができる。しかし、ホウケイ酸ガラスに $\text{Fe}_2\text{O}_3$ として500 ppm程度の量で含まれる酸化鉄は、その一部しか熱処理によつて酸可溶相に移行しないため、酸可溶相を抽出して得られる多孔質ガラスには1~3 ppm程度の酸化鉄が残存し、この酸化鉄は酸処理や水洗を繰り返しても除去することができない。しかも酸化鉄は紫外線吸収率が高いので、高ケイ酸ガラスの透明物たる前記の多孔質ガラスに酸化鉄が残存することは、高ケイ酸ガラスの紫外線透過率を損う大きな原因なのである。

本発明者らは紫外線吸収原因となる酸化鉄の除去手段について検討を重ねた結果、エチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液にて多孔質ガラスを処理する手段が、酸化鉄の除去に

れ、酸可溶相が析出せしめられる。酸液としては、硫酸、硝酸、塩酸のいずれもが使用可能である。酸液の濃度は任意に選択できるけれども、あまりに低濃度であると酸可溶相の抽出に時間がかかり、逆に高濃度であると酸可溶相の抽出した多孔質ガラスに歪が生ずるので、処理されるガラスの肉厚に応じて、1~4規定の範囲で酸液濃度を適宜選択することが好ましい。そしてこの酸液処理は300~600℃の温度で10~150時間程度行うのが一般的である。

酸液処理によつて得られる多孔質ガラスは、従来のままでは水洗後乾燥されるが、本発明によれば、この多孔質ガラスは酸液に先立つてエチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液で処理され、これによつて多孔質ガラス中に残存する微量の酸化鉄が除去される。ここで使用される処理液は硫酸、硝酸又は塩酸の水溶液に、エチレンジアミン四酢酸またはその塩を溶解させて調製さ

特開57-205337(2)  
有効であることを見出した。

用して本発明に係る高ケイ酸ガラスの製造法は、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ および $\text{Na}_2\text{O}$ を主成分とするホウケイ酸ガラスを熱処理して酸可溶相と酸不溶相に分相させ、しかも後これを酸液で処理して酸可溶相を抽出させることにより多孔質ガラスとし、次いでエチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液にて前記の多孔質ガラスを処理し、次いでこの多孔質ガラスを焼成することからなる。

本発明の方法において、原料ガラスには例えば米国特許第2105746号に記載されているようなホウケイ酸ガラスが使用可能である。このホウケイ酸ガラスは一般に成形物の形で熱処理に付され、 $\text{B}_2\text{O}_3$ と $\text{Na}_2\text{O}$ に富む酸可溶相と $\text{SiO}_2$ に富む酸不溶相に分相せしめられる。この場合の熱処理は300~600℃程度の温度で10~150時間程度行われるのが通例である。熱処理によつて分相したホウケイ酸ガラスは、次いで酸液で処理さ

れるが、この熱処理は0.2重量%以上のエチレンジアミン四酢酸またはその塩（両者を含有する場合に両者を合わせて0.2重量%以上）を含有しなければならぬ。エチレンジアミン四酢酸またはその塩の量が0.2重量%未満であると、酸化鉄を充分に除去できないからである。前記熱処理液のpHは必須条件ではないけれども、1~3のpH値にあることが好ましい。何故なら、処理液のpHが上記の範囲から外れると、可溶性鉄錯イオンの生成が妨害されることが考えられるからである。酸化鉄の除去は一般に30~90℃の温度条件下に多孔質ガラスを前記の処理液で1~15時間程度処理することによりその目的が達成される。

酸化鉄が除去された多孔質ガラスは、次いで好ましくは水洗後、常圧下で乾燥され、これにより紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスを得ることができる。

## 実施例

重量で SiO<sub>2</sub> 62.7 部、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 17.1 部、Na<sub>2</sub>O 2.3 部、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2.0 部、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.3 部（但し、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は外面で添加）からなる組成のガラス（これには不純物として 0.05～0.1 重量部の Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が含まれる）を溶解して 150 mm×150 mm×1 mm のガラス板を調製し、このガラス板を 800℃ で 120 時間加熱処理して分相させた。次にこの分相ガラス板を次の各方法で処理し、多孔質ガラス板を得た。

(a) 上記の分相ガラス板を 80℃ に加熱した 1.5 規定の硫酸溶液中に 100 時間保持して酸可溶相を溶出させ、しかる後このガラス板を 80℃ のイオン交換水で 84 時間洗浄して多孔質ガラス(a)を得た。

(b) 上記の多孔質ガラス(a)を、0.3 重量部のエチレンジアミン四酢酸を含有する硫酸酸性溶液（pH＝2.5）にて、温度 85℃ で 84 時間処理し、次いで 40℃ のイオン交換水で 10 時間洗浄して

上記から明らかを通り、本発明の(b)の方法によれば、無外阻透過率の高い高ケイ酸ガラスを得ることが出来る。尚、(b)の方法で使用したエチレンジアミン四酢酸に代えてそのナトリウム塩を使用しても(a)の方法と同様の結果が得られることを確認した。

株式会社 優 裕 硝 子  
外1名

代理人 朝 倉 正 幸

特開昭57-205337(3)

多孔質ガラス(b)を得た。

次に上記の多孔質ガラス(a)及び(b)それぞれを乾燥後、毎時 80℃ の加熱速度で 1100℃ まで加熱し、この温度で 3 時間保持してから室温まで冷却して高ケイ酸ガラスを得た。これらの高ケイ酸ガラスから厚さ 2.4 mm の板状試料を作成し、その両面を平行に研磨した後、各試料の分光透過率を測定した。結果を次表に示す。

高ケイ酸ガラスの分光透過率

元の板長 (mm)	透 過 率 (%)	
	(a)の方法	(b)の方法
220	1.0	3.0
240	34.0	49.0
260	66.0	76.0
280	80.0	87.5
300	87.5	92.0
320	89.5	93.0

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox**